

PAT-NO: JP363307334A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63307334 A

TITLE: RELATIVE PHOTOMETRIC FLUORESCENCE SPECTROPHOTOMETER

PUBN-DATE: December 15, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

NOGAMI, TARO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

HITACHI LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP62143130

APPL-DATE: June 10, 1987

INT-CL (IPC): G01N021/64

US-CL-CURRENT: 356/317

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a spectrophotometer which has superior sensitivity and light source correction accuracy without being affected by the irregularity of air bubbles and liquid in a flow passage by monitoring exciting light after the exciting luminous flux passes the periphery of a sample cell and through the sample cell, and then performing relative photometry.

CONSTITUTION: Light which is emitted by a light source 1 and becomes homogeneous light by passing a lens 2 and an excitation-side spectroscope 3 is converged by a lens 4 to illuminate a pipe-shaped quartz cell 5, and its center light excites the sample in the flow passage 6. The marginal light passes outside the cell 5 and is converged by a lens 10 to enter a detector 12 for monitoring through a dimming plate 11. The light passing through the flow passage 6 also enters the detector 12 at the same time. The detector 12 monitors the variation of the light source 1 and sends a signal to a variation correcting circuit. Fluorescent light emitted by the sample in the flow passage 6 is passed through a lens 7 and diffracted spectrally by a fluorescence-side spectroscope 8 and enters a detector 9 for measurement. Thus, the light is monitored without using any beam splitter, so the quantity of the light need not be reduced before the exciting light reaches the sample and the extent of variation in monitor light quantity caused by air bubbles in an extremely small flow passage and various materials sticking on the internal wall is suppressed small.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-307334

⑮ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)12月15日

G 01 N 21/64

Z-7458-2G

審査請求 未請求 発明の数 2 (全3頁)

⑭ 発明の名称 比測光蛍光光度計

⑰ 特 願 昭62-143130

⑱ 出 願 昭62(1987)6月10日

⑲ 発 明 者 野 上 太 郎 茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立製作所那珂工場内

⑳ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉑ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

比測光蛍光光度計

2. 特許請求の範囲

1. 特定波長の励起光を試料に照射する励起側光学系と、試料セルと、該試料セル内の試料から発する蛍光を検知する蛍光側光学系と、前記励起光をモニタして比測光を可能とするモニタ側検知手段とを有する比測光蛍光光度計において、励起光束が前記試料セルの周辺及び該試料セルの内部を通過した後前記モニタ側検知手段で検知されるように構成してあることを特徴とする比測光蛍光光度計。

2. 前記試料セルは着脱可能な構成としてあり、前記試料セルを交換してもモニタ光量がほぼ同一となるようにしてある特許請求の範囲第1項記載の比測光蛍光光度計。

3. 特定波長の励起光を試料に照射する励起側光学系と、試料セルと、該試料セル内の試料から発する蛍光を検知する蛍光側光学系と、前記励

起光をモニタして比測光を可能とするモニタ側検知手段とを有する比測光蛍光光度計において、前記試料セルが厚い透明部材より形成してあつて、励起光束が前記試料セルを形成する前記透明部材及び該試料セルの内部を通過した後前記モニタ側検知手段で検知されるように構成してあることを特徴とする比測光蛍光光度計。

4. 前記厚い透明部材より形成してある試料セルは着脱可能な構成としてあり、前記試料セルを交換してもモニタ光量がほぼ同一となるようにしてある特許請求の範囲第3項記載の比測光蛍光光度計。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は比測光蛍光光度計に係り、特に溶液中微量試料を分析するのに好適なシクロ液体クロマトグラフ用比測光蛍光光度計に関するものである。

〔従来の技術〕

特開昭58-174833号公報に記載された蛍光光度計は、数 μ l以上のセル容量を有する通常の液体

特開昭63-307334(2)

クロマトグラフ用蛍光光度計に関しては極めて有効な方法である。しかし、セル容量が $1\mu\text{L}$ 以下となると、試料中を通過した光をモニタする方式では、セルのわずかな位置ずれやセル壁への気泡の付着によりモニタ光量変動し、また、容量の異なるセルと交換したときにモニタ光量が大幅に変化するという問題がある。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記従来技術は、一般的な比測光方式で、試料セルの手前でビームスプリッタにより光束を分割してモニタ側検知手段に導くようにしているため、その分が光量ロスにつながる。また、ビームスプリッタ自身の波長特性や温度変化影響が問題となる。他方、特開昭58-174833号公報に記載された方式は、セル容量が $1\mu\text{L}$ 以下になると、モニタ光量がわずかな光軸ずれやセル内壁への気泡の付着により変動する可能性があり、また、 $1\mu\text{L}$ 以下の異なつた容量のマイクロセル同志を交換した際にモニタ光量が大幅に変動する。比測光方式において、分母となるモニタ信号レベルが大幅に変動

することは、いずれかのモニタ信号レベルにおいて、ノイズ増大や比測定精度の低下を招く可能性が大きい。

本発明の目的は、セル容量が極度に小さい場合においてもモニタ光量の変化幅が小さく、流路内の気泡や液の不均一性の影響を受けない感度や光源補正精度が優れた透過光モニタ方式の比測光蛍光光度計を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

上記目的は、励起光束が試料セルの周辺及びこの試料セルの内部を通過した後励起光をモニタして比測光を可能とするモニタ側検知手段で検知するように構成して達成するようにした。そのため、試料セルをキャピラリ状にして周辺光が直接モニタ側光学系に入射するか、肉厚のセルとして外壁の透明部材内部を通過させることによつてモニタ側光学系に入射させるようにした。

〔作用〕

セル位置を中心として励起光学系と逆方向に配置したモニタ光学系は、ビームスプリッタを用い

ずに励起光をモニタする作用を有し、キャピラリ状のセルまたはセルの肉厚の透明部材は、励起光束の周辺光を直接モニタ側光学系に入射させ、モニタ光量レベルの変化量を小さくする作用を有するので、これによりセルの状態や容量にかかわらず低ノイズで高精度の比測光が可能となる。

〔実施例〕

以下本発明を第1図～第3図に示した実施例を用いて詳細に説明する。

第1図は本発明の比測光蛍光光度計の一実施例を示す構成図で、第1図において、光源1より出た光は、レンズ2により集光されて分光器3に入る。分光器3で単色光となつた光は、レンズ4で集光されてパイプ状石英セル5を照射し、中心光は流路6内の試料を励起する。周辺光はパイプ状石英セル5の外側を通過し、レンズ10で集光され、減光板11を通過してモニタ用検知器12に入る。流路6内を通過した光も同時にモニタ用検知器12に入る。モニタ用検知器12は、光源1の変動をモニタし、図示してない変動補正回路に信

号を送る。流路6内の試料の発する蛍光は、レンズ7にて集光され、蛍光側分光器8で分光された後、測定用検知器9に入る。本実施例においては、ビームスプリッタ等を用いず、光をモニタするため、励起光が試料に至る前に光量を減じる必要がなく、また、従来の透過光モニタ方式に比べると、微小流路の内部の気泡や内壁に付着した種々の物質によりモニタ光量変動する程度が小さく抑えられる。

第2図は本発明の他の実施例を示す第1図に相当する構成図で、第1図と同一部分は同じ符号で示してある。第2図においては、第1図のパイプ状石英セル5の代りにブロック形石英セル13を採用している。第3図は第2図のブロック形石英セル13の一実施例を示す斜視図で、流路6の径が微小であるにもかかわらず、石英部の肉厚が厚く、励起光の周辺光はすべて透明部材である石英部を通過するようにしてある。この場合、流路6内を通過する光量は相対的に小さいため、第1図に示す実施例と同様に流路6内の状態によりモニ

タ信号が変動する程度が小さい。

〔発明の効果〕

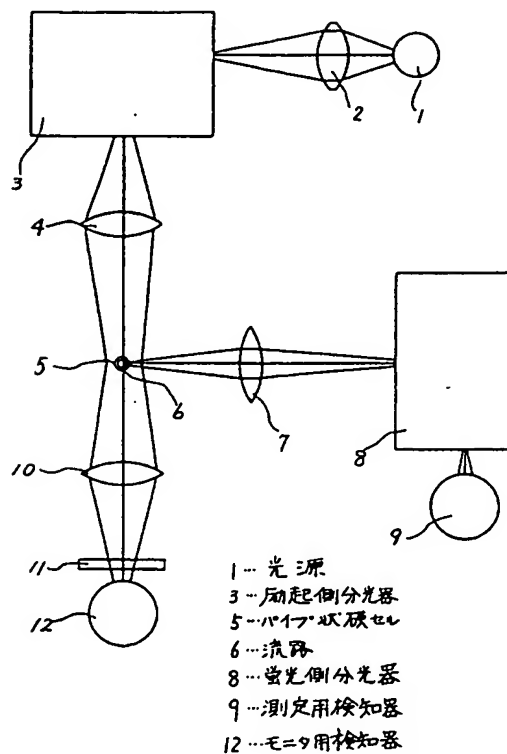
以上説明した本発明によれば、マイクロ液体クロマトグラフ、超高速液体クロマトグラフにおける必要性により流路径が極度に小さくなくても、流路内の気泡や種々の理由による液体の不均一性の影響を受けることなく、感度や光源補正精度の点で優れた透過光モニタ方式として採用することができるという効果がある。

4. 図面の簡単な説明

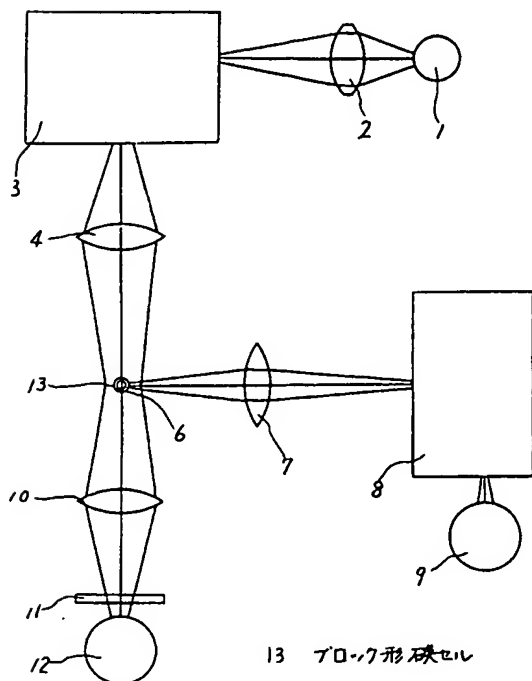
第1図は本発明の比濁光蛍光光度計の一実施例を示す構成図、第2図は本発明の他の実施例を示す第1図に相当する構成図、第3図は第2図におけるブロック形石英セルの一実施例を示す斜视图である。

1…光源、3…励起側分光器、5…パイプ状石英セル、6…流路、8…蛍光側分光器、9…測光用検知器、12…モニタ用検知器、13…ブロック形石英セル。

代理人 弁理士 小川勝男



第2図



第3図

